

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-152273

(43)Date of publication of application : 05.06.2001

(51)Int.Cl.

C22C 27/02

C23C 30/00

(21)Application number : 11-333635

(71)Applicant : NATL INST OF ADVANCED INDUSTRIAL  
SCIENCE & TECHNOLOGY METI

(22)Date of filing : 25.11.1999

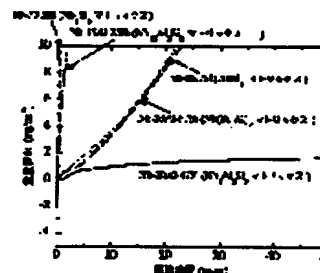
(72)Inventor : MURAKAMI TAKASHI  
ICHIKAWA KIYOSHI  
KITAHARA AKIRA  
YAMAGUCHI MASAHARU

## (54) HIGHLY OXIDATION RESISTANT Nb-Al-Si INTERMETALLIC COMPOUND

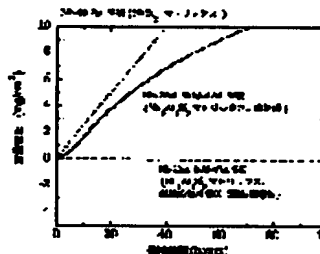
(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the material composed of an Nb-Al-Si intermetallic compound excellent in oxidation resistance at a high temperature of 1,300° C and applicable as the structural material for high temperature use or the coating material for the conventional Nb base alloy inferior in oxidation resistance.

SOLUTION: An Nb-Al-Si intermetallic compound containing 20 atomic % Al and 47 atomic % Si, forming a dense alumina protective film on the surface in a high temperature atmosphere and excellent in oxidation resistance, is obtained.



01 1200℃での酸化試験結果 (400℃での酸化試験結果)



1200℃での酸化試験結果 (400℃での酸化試験結果)

BEST AVAILABLE COPY

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.11.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3321600

[Date of registration] 28.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-152273

(P2001-152273A)

(43)公開日 平成13年6月5日(2001.6.5)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 C 27/02

C 2 3 C 30/00

識別記号

1 0 2

F I

C 2 2 C 27/02

C 2 3 C 30/00

データベース(参考)

1 0 2 Z 4 K 0 4 4

A

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平11-333635

(22)出願日

平成11年11月25日(1999.11.25)

(71)出願人 301000011

経済産業省産業技術総合研究所長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(72)発明者 村上 敬

茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技

術院機械技術研究所内

(72)発明者 市川 洸

茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技

術院機械技術研究所内

(72)発明者 北原 晃

佐賀県鳥栖市宿町807番地1号 工業技術

院九州工業技術研究所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 高耐酸化性Nb-Al-Si系金属間化合物

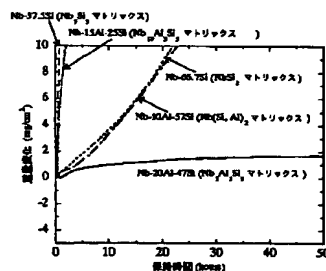
(57)【要約】

【課題】

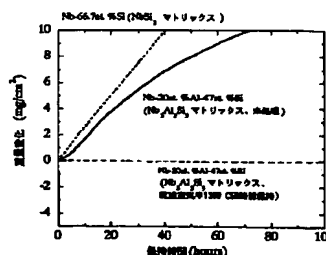
1300°Cの高温において耐酸化性に優れるNb-Al-Si系金属間化合物で、高温用構造材料あるいは耐酸化性に劣る従来のNb基合金のコーティング材として適用できる材料を提供する。

【解決手段】

Alを20原子%、Siを47原子%含有し、高温大気中において表面に緻密なアルミナ保護膜を形成し、耐酸化性に優れるNb-Al-Si系金属間化合物を得る。



(a) 乾燥空気中 1800°Cで保持した Nb-Al-Si 三元系金属間化合物試験片の重量変化



(b) 乾燥空気中 750°Cで保持した Nb-Al-Si 三元系金属間化合物試験片の重量変化

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミニウム（Al）が20原子%、シリコン（Si）が47原子%を含有して成り、高温の大気中において表面に緻密で密着性の良いアルミナ保護膜を形成し耐酸化性に優れていることを特徴とするNb-Al-Si系金属間化合物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、超高温用耐熱材料として有望なNb系金属間化合物に関するものであり、航空機用エンジンの燃焼器、タービン等を使用される。あるいは高温強度に優れながら耐酸化性に劣る従来のNb基合金のコーティング材として応用される。

【0002】

【従来の技術】近年、航空機用エンジンの高出力化等を目的として、従来使用されてきたNi基超合金より高温で利用できる材料の開発が急務になっている。Nb基合金及び金属間化合物は融点がNi基超合金より高く、比重もNi基超合金と同程度であることから、超高温用構造材料としての応用が期待されており、最近主にNb-Si系合金及び金属間化合物が開発・研究されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、Nb-Si系合金及び金属間化合物の高温における耐酸化性は非常に悪く、実用化への大きな障害となっている。本発明は、Ni-Si系に第三元素としてアルミニウムを添加したNb-Al-Si系金属間化合物の高温における耐酸化性を評価して、高温において優れた耐酸化性を有する材料を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は上記課題を解決するために、アルミニウム（Al）が20原子%、シリコン（Si）が47原子%を含有して成り、高温の大気中において表面に緻密で密着性の良いアルミナ保護膜を形成し耐酸化性に優れていることを特徴とするNb-Al-Si系金属間化合物を提供する。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明に係る高耐酸化性Nb-Al-Si系金属間化合物の実施の形態を実施例、実験例等に基づいて図面を参照して説明する。本発明は、Ni-Si系に第三元素としてアルミニウムを添加したNb-Al-Si系金属間化合物を、高温において耐酸化性を向上させるために、Nb-Al-Si系金属間化合物のアルミニウム含有量を20原子%、シリコン含有量を47原子%としたことを特徴とする。

【0006】このような組成比とした理由は次の通りである。Al、Si量を系統的に変化させ放電プラズマ焼結した材料について組成と相の関係及び高温における耐酸化性を検討した結果、高温において試料表面にアルミナの保護膜を形成するNb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>金属間化合物が単相で得ら

れるのはAlが20原子%、Siが47原子%であることが明らかになった。

【0007】そして、Al量が20原子%以下の場合、Nb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>相と耐酸化性に劣るNb(Si, Al)<sub>2</sub>相の二相領域になり、Al量が20原子%以上の場合、Nb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>相とアルミナ単相の保護膜を形成しないNbAl<sub>3</sub>相の二相領域になる。この点から、Al量が20原子%の場合、耐酸化性に優れ、しかもアルミナの保護膜を形成するNb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>金属間化合物が得られる。

10 【0008】一方、Si量が47原子%以下の場合、Nb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>相と耐酸化性が悪いNb<sub>3</sub>Si<sub>3</sub>相及びNb(Si, Al)<sub>2</sub>相の三相共存領域になり、Si量が47原子%以上の場合融点が低いAl-Si系合金相が共存するようになる。この点から、Si量が47原子%の場合、耐酸化性に優れ、融点の高いNb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>金属間化合物が得られる。

20 【0009】ここで、本発明の一実施例を説明する。NbSi<sub>2</sub>金属間化合物は、Nb-Si系では最も耐酸化性が良好であるが、表面に保護膜が形成されず耐酸化性の抑制が完全ではない。このようなNbSi<sub>2</sub>金属間化合物に、Alを20原子%添加し、Si原子の一部をAl原子と置き換えることによって、高温大気中において材料表面にアルミナの相を優先的に形成させるNb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>金属間化合物を形成し、高温における耐酸化性に優れた金属間化合物を提供することができた。

30 【0010】次に本発明の製造方法について述べると、本発明に係るNb-Al-Si系金属間化合物は、Nb、Al、Si粉末を目標の組成になるように混合した粉末を放電プラズマ焼結法で焼結してインゴットを得ることができる。本発明に係る製造方法としては、その他ホットプレス法、HIP法、アルゴンアーク溶解法を用いてもインゴットの作製は可能である。

【0011】

40 【実験例】Nb-Al-Si三元系に存在する金属間化合物の耐酸化性を調べるために、それぞれNb<sub>3</sub>Si<sub>3</sub>、NbSi<sub>2</sub>、Nb(Si, Al)<sub>2</sub>、Nb<sub>3</sub>Al<sub>3</sub>Si<sub>3</sub>、Nb<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Si<sub>3</sub>金属間化合物単相5種類の組成のインゴットを作製し、酸化試験を行った。

50 【0012】Nb（純度99.8%、粒径325メッシュ以下）、Al（純度99.9%、粒径10μm）、Si（純度99.9%、粒径300メッシュ以下）粉末を秤量混合し、ボールミルで1時間混合した後、温度1000-1600°C、保持時間5分で放電プラズマ焼結法による予備焼結を行った。予備焼結後得られた組織の不均質なインゴットを乳鉢・ボールミルを用いて粉碎し、温度1200-1600°C、加圧力49MPa、保持時間5分の条件で再度放電プラズマ焼結を行い組織が均一な各組成のインゴット（直径15mm、厚さ5mm）を作製した。

【0013】酸化試験用の試験片（サイズ4×4×3mm）は各インゴットからマイクロカッターを用いて切り出した後、全表面を1mmのダイヤモンドペーストを用いて研磨した。各試験片についての酸化試験は熱天秤を用

いて行った。まず試料をアルゴンガス雰囲気中で5°C/分の速度で1300°C及び750°Cまで昇温し、雰囲気を乾燥空気に置換後、この状態で試料の重量変化を測定した。その結果を図1に示す。

【0014】図1(a)から明らかなように各試料の中で、Nb, Al, Si, 金属間化合物単相である組成Alが20原子%、Siが47原子%の試料が最も優れた耐酸化性を示す。図1(b)に示すように同試料は750°Cではベスト酸化を起こし良好な耐酸化性を示さなかったが、あらかじめ試料を1300°Cの大気中に50時間保持しておく

10

と750°Cにおいても優れた耐酸化性を示すことが明らかになった。  
【0015】1300°Cの乾燥空気中で50時間保持後、Alが20原子%、Siが47原子%の試験片の実体顕微鏡写真及び表面付近の断面写真を図2(a)、(b)にそれぞれ示す。1300°Cで保持した試料の表面は緻密で密着性のあるアルミナの保護膜で覆われており、このことから1300°Cの大気中で保持した後750°Cで保持した試料の耐酸化性が非常に良好であったのはこの密着性の良い保護膜の形成が原因と考えられる。以上のことから組成Alが20原子%、Si

が47原子%の金属間化合物が高温で非常に優れた耐酸化性を示す材料であることが示された。

【0016】以上、本発明に係る実施の形態を説明したが、本発明は以上のような実施例、実験例に示す構成に限定されることなく、特許請求の範囲記載の技術的事項の範囲内でいろいろな実施の態様があることは言うまでもない。

【0017】

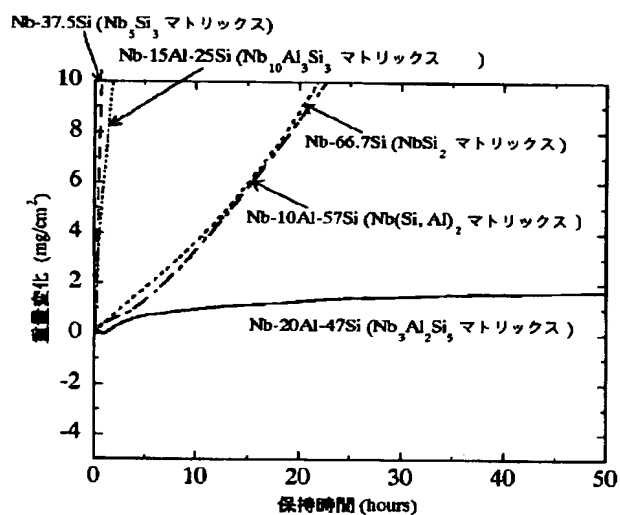
【発明の効果】以上説明した通り、本発明組成のNb-Al-Si系金属間化合物は、1300°Cの高温で非常に優れた耐酸化性を示し、耐酸化性の優れた高温用構造材料あるいは耐酸化性に劣る従来のNb基合金のコーティング材として応用可能である。

【図面の簡単な説明】

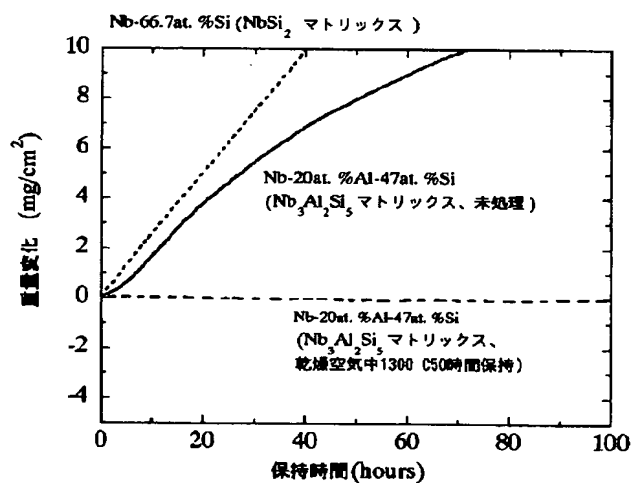
【図1】(a)1300°C及び(b)750°Cの夫々の乾燥空気中で保持したNb-Al-Si系金属間化合物の重量変化である。

【図2】1300°Cの乾燥空気中で50時間保持後の組成でAlを20原子%、Siを47原子%含むNb-Al-Si系試料の(a)実体顕微鏡写真及び(b)表面付近のSEM断面写真である。

【図1】



(a) 乾燥空气中 1300°Cで保持した Nb-Al-Si 三元系金属間化合物試験片の重量変化



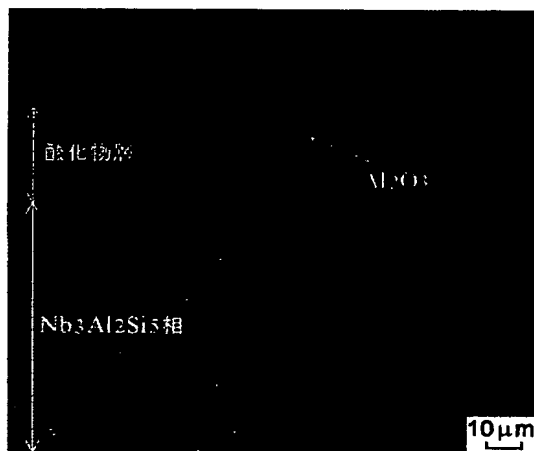
(b) 乾燥空气中 750°Cで保持した Nb-Al-Si 三元系金属間化合物試験片の重量変化

【図2】

BEST AVAILABLE COPY



(a) 乾燥空气中 1573K で 50 時間保持した Nb-20Al-47Si (at. %)試験片の実体顕微鏡写真



(b) 乾燥空气中 1573K で 50 時間保持した Nb-20Al-47Si (at. %)試験片の表面付近の断面写真

---

フロントページの続き

(72)発明者 山口 正治  
京都市左京区吉田本町 京都大学大学院工  
学研究科材料工学専攻内

F ターム(参考) 4K044 AA06 BA02 BA10 BA13 BB03  
BC11 CA53 CA62